

51

Int. Cl.:

D 21 h, 5/00

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 55 f, 12/01

10

11

21

22

43

# Offenlegungsschrift 2 000 028

Aktenzeichen: P 20 00 028.6

Anmeldetag: 2. Januar 1970

Offenlegungstag: 16. Juli 1970

Ausstellungspriorität: —

54

Unionspriorität

55

Datum: 2. Januar 1969

56

Land: V. St. v. Amerika

57

Aktenzeichen: 789084

64

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Ganzzeugbahnen aus Zellulosefasern

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: The Buckeye Cellulose Corp., Cincinnati, Ohio (V. St. A.)

Vertreter: Beil, Dr. W.; Hoeppener, A.; Wolff, Dr. H. J.; Beil, Dr. H. Chr.;  
Rechtsanwälte, 6230 Frankfurt-Höchst

72

Als Erfinder benannt: Chapman jun., Benjamin E., Memphis, Tenn. (V. St. A.)

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): —

DT 2000028

RECHTSANWÄLTE  
DR. JUR. DIPL.-CHEM. WALTER BEIL  
ALFRED HOEPPENER  
DR. JUR. DIPL.-CHEM. H.-J. WOLFF  
DR. JUR. HANS CHR. BEIL

2000028

623 FRANKFURT AM MAIN-HÜCHST  
ADLONSTRASSE 60

31. Dez. 1969

Unsere Nr. 15903

The Buckeye Cellulose Corporation  
Cincinnati, Ohio, V.St.A.

Verfahren zur Herstellung von Ganzzeugbahnen aus Zellu-  
losefasern.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von zu zerkleinernden Ganzzeugbahnen (commi-nution pulp sheets) aus Zellulosefasern für die Erzeugung saugfähiger faseriger Bauschprodukte, Watte oder Faserlagen durch anschließende Zerkleinerung und Luftbettung (air-laying). Derartige Produkte werden für die Herstellung von Bandagen, Windeln, Damenbinden, Tampons und dergl. gebraucht. Insbesondere betrifft die Erfindung die Faserimprägnierung solcher zu zerkleinernder Ganzzeugbahnen mit bestimmten zwitterionischen ober-flächenaktiven Mitteln zur leichten Zerkleinerung des Ganzzeugs in überwiegend ganze Fasern. Die daraus her-gestellten luftgebetteten Bauschprodukte zeigen prak-tisch die gleichen Saugfähigkeitswerte wie diejenigen aus herkömmlichen nichtimprägnierten Ganzzeugbahnen, während sie aussagekräftigen Gebrauchstests zufolge die luftgebetteten Bauschprodukte aus nichtimprägnierten

009829/1482

Ganzzeugfasern in Flüssigkeits-Saugfähigkeit und Elastizität übertreffen. Die erfindungsgemäße Faser - imprägnierung erfolgt vor dem endgültigen Wasserentzug bei der Herstellung der Ganzzeugbahn, wobei die Fasern einer aus Holz- oder anderen Zellulosefasern bestehenden, zu zerkleinernden Ganzzeugbahn mit wirksamen Mengen stickstoffhaltiger, zwitterionischer oberflächenaktiver Mittel, die im folgenden näher beschrieben sind, imprägniert werden.

Die Luftbettung oder das Verfahren der Zerkleinerung oder Zerfaserung von Ganzzeug in einer Masse aus einzelnen luftdispergierten Fasern und das anschließende Absetzen der Fasern auf einen durchbrochenen Rost zur Bildung eines Wattebauschs, einer Watte oder Faserstofflage wird seit langem mit wechselndem Erfolg angewandt. Durch verschiedene Maßnahmen wie Kohäsionspressen, Besprühen mit löslichem Klebstoff, Eintauchen in Latex und bei thermoplastischen Fasern, durch thermische Festlegung erreichte man, daß die luftgebetteten Bauschprodukte, Watten oder Faserstofflagen nicht auseinanderfielen.

Da die verhältnismäßig einfache Methode der Zerfaserung und Neubereitung von Ganzzeugbahnen für die Erzeugung saugfähiger Bauschprodukte und Watten nach dem Luftbettungsprinzip so wirtschaftlich ist, finden solche luftgebetteten Produkte insbesondere für zum einmaligen Gebrauch bestimmte Erzeugnisse der oben genannten Art häufig Verwendung.

009829/1452

BAD ORIGINAL

Im praktischen Betrieb erwies sich die Zerkleinerung von Ganzzeug aus Zellulosefasern und vor allem aus Holzzellstoff insofern als nachteilig, als ein hoher Energieaufwand erforderlich war, der Geräuschpegel hoch lag, und erhebliche Mengen gebrochener Fasern und Feinstoffe anstelle der erwünschten langen ganzen Fasern anfielen.

Ein Vorschlag zur Beseitigung dieser Schwierigkeiten wird im U.S.A.-Patent 3.395.708 gemacht, durch das die Verwendung einer bestimmten Art kationischer Trennmittel (debonding agents) zur Bereitstellung von leicht zu zerkleinernden Bahnen aus Holzzellstoff offenbart wird. Zwar sind durch die Verwendung der in dieser Patentschrift beschriebenen kationischen Trennmittel gewisse Vorteile bei der Zerkleinerung und bei den Eigenschaften der betreffenden luftgebetteten Erzeugnisse zu erzielen. Es wurde jedoch festgestellt, daß bei Verwendung der kationischen Trennmittel wie z.B. quarternäres Dimethyl-dihydriertes Talgammoniumchlorid die leichtere Zerkleinerung des Holzganzzeugs ganz entschieden auf Kosten der Absorptionsgeschwindigkeit sowie des Gesamtabsorptionsvermögens der betreffenden luftgebetteten Erzeugnisse erreicht wird. Obgleich Holzganzzzeug ohne Imprägnierung mit einem oberflächenaktiven Mittel bei der Herstellung von luftgetragenen Fasermassen, die im Luftbettungsverfahren auf durchbrochenen Vorrichtungen abgesetzt werden, schwer zu zerkleinern oder zerfasern ist, ist an sich aus solchem Material hergestellte Watte den Erzeugnissen aus mit einem kationischen Trennmittel imprägniertem Holz -

009829/1452

BAD ORIGINAL

- 4 -

ganzzeug hinsichtlich der Absorptionsgeschwindigkeit und des Absorptionsvermögens überlegen.

Ganz ohne Zweifel ist die zu einer leichteren Zerkleinerung führende Wirkung der in der vorerwähnten Patentschrift und der Fachliteratur beschriebenen kationischen Trennmittel im Vergleich zur Verwendung von unimprägniertem Holzganzzeug als eine Verbesserung zu betrachten. Es wurde nun aber gefunden, daß durch die Imprägnierung von Holzganzzeug und anderem Zellulosematerial mit zwitterionischen oberflächenaktiven Mitteln bestimmter Struktur die Zerkleinerung von Holzganzzeug praktisch genau so gefördert wird wie mit den kationischen Trennmitteln, gleichzeitig jedoch die Eigenschaften von saugfähigen Erzeugnissen aus nicht imprägniertem Holzganzzeug im wesentlichen erreicht und in einigen Punkten übertroffen werden.

Da Bedarf für Ganzzeug, das sich leicht in ganze Fasern zerkleinern läßt, für die Herstellung von saugfähigen, luftgebetteten Bauschprodukten, Watte und Faserstofflagen bestand, wurde die ursprüngliche Entdeckung, daß durch die Verwendung bestimmter zwitterionischer als Imprägnierungsmittel für Holzzellstoffbannen in überraschend hohem Maß eine leichtere und vollständigere Zerkleinerung oder Zerfaserung desselben ohne gleichzeitige Verschlechterung der Saugfähigkeit der betreffenden luftgebetteten Watte zu erreichen ist, untersucht.

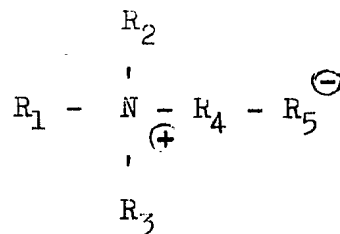
Es wurde gefunden, daß man die gewünschte leicht-

BAD ORIGINAL

009829/1452

- 5 -

tere Zerkleinerung bei gleichzeitiger Saugfähigkeit der betreffenden luftgebetteten Watte erreichen kann, wenn man die Holzzellstoffbahnen vor dem endgültigen Wasserentzug im Herstellungsverfahren mit einem zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel der allgemeinen Formel



imprägniert, in der  $R_1$  eine Alkyl- oder Alkenylgruppe mit etwa 16 bis etwa 22 C-Atomen,  $R_2$  und  $R_3$  ein Wasserstoffatom oder Alkylgruppen mit 1 bis 2 C-Atomen,  $R_4$  eine Alkylgruppe mit 1 bis etwa 11 C-Atomen, die eine oder mehrere an C-Atome gebundene Hydroxylgruppen tragen kann, und  $R_5$  einer der Reste  $-COO^-$ ,  $-SO_3^-$  oder  $-OSO_3^-$  bedeuten.

Im Zusammenhang mit der Herstellung von luftgebetteten saugfähigen Watten wurde überraschenderweise gefunden, daß durch Imprägnierung von Holzzellstoff- und anderen Zellulosefaserbahnen mit den vorgenannten zwitterionischen oberflächenaktiven Mitteln gegenüber dem mit kationischen Mitteln sowie mit keinerlei Mittel behandelten Holzzellstoffbahnen die Zerkleinerung erleichtert wird und gleichzeitig Energieaufwand und Gesamtabsorptionsvermögen äußerst günstig

009829/1452

BAD ORIGINAL

sind.

Da die Lösungen der vorliegenden zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel zur Imprägnierung klar oder wasserhell sind, empfiehlt sich die Verwendung dieser Mittel vor allem auch dann, wenn Klarheit und Färbung des Bausch- oder Wattmaterials wesentlich sind. Bei der Beschreibung des vorliegenden Verfahrens und der betreffenden Erzeugnisse wird hauptsächlich auf saugfähige Holzfaserwatte Bezug genommen. Es sei jedoch darauf hingewiesen, daß die erzielbaren Vorteile ebenso gut die zu zerkleinernden Ganzzeugbahnen aus anderen Zellulosefasern oder Gemischen anderer Zellulosefasern mit Holzfasern betreffen. Die erfindungsgemäß ermöglichten Erleichterungen bei der Zerkleinerung gelten darüber hinaus außer für die Herstellung luftgebetteter saugfähiger Stoffe und die dazu gehörende Ganzzeug-Zerkleinerung auch für andere Verfahren, z.B. für die Herstellung von Viskose-Rayon nach dem Aufschlammungsverfahren, die Erzeugung von Zellulosenitrat, Zelluloseacetat und anderen Zellosederivaten.

Ferner wurde überraschenderweise gefunden, daß zum Einsatz der vorgenannten zwitterionischen oberflächenaktiven Mitteln neben der Einbringung in die Faseraufschlammungen vor der Bahnherstellung weiterhin die Möglichkeit besteht, durch Verdrängungswaschen oder -duschen auf dem Formdraht das in der zuerst gebildeten Ganzzeugbahn enthaltene Wasser zu verdrängen. Eine Verdrängungsdusche besteht aus der wässrigen Lösung des betreffenden zwitterionischen oberflächenaktiven Mittels. Die Imprägnierung der Bahn durch

Verdrängungsduschen bietet den wichtigen Vorteil wirtschaftlichen Einsatzes des oberflächenaktiven Mittels, da nur die Verdrängungsduschwasser-Anlage und nicht etwa die gesamte Klarwasser- oder Schlammungswasseranlage einer Papiermaschine mit dem oberflächenaktiven Mittel beschickt werden muß. Das Verdrängungsduschen ist auch deshalb vorteilhaft, weil leicht auf die Herstellung nicht imprägnierter Holzzellstoffbahnen umgerüstet werden kann; die gesamte Klarwasseranlage der Papiermaschine enthält ja nichts von dem oberflächenaktiven Mittel.

Ziel der Erfindung ist die Herstellung von Holzzellstoffbahnen zur Zerkleinerung und späteren Verarbeitung in luftgebettete saugfähige Watteprodukte verschiedenster Art, wobei die erfindungsgemäß hergestellten Holzzellstoffbahnen sich leichter in Fasern zerkleinern lassen sollen, die zum Absetzen bei der Herstellung luftgebetteter saugfähiger Watte mit verbesserten Absorptionseigenschaften geeignet sind, wodurch verbesserte luftgebettete Bauschprodukte, Watte und Faserstofflagen für Monatstampons, Damenbinden, Verbandmaterial, zum einmaligen Gebrauch bestimmte Windeln und anderen saugfähigen Watteprodukten und Fasermaterialien aus Holzzellstoffbahnen erhalten werden können.

Die erfindungsgemäß mit zwitterionischen oberflächenaktiven Mitteln imprägnierten Ganzzeugbahnen lassen sich auch leicht in einzelne Fasern zur

009829/1452

RAD ORIGINAL



Verwendung bei der Herstellung von Zellulose-Chemikalien und Zellulose-Derivaten zerlegen.

Wie bereits an früherer Stelle erwähnt, ist unter Imprägnierung von Holzzellstoffbahnen in vorliegendem Sinn die Zuführung wirksam verteilter Mengen der erfindungsgemäßen zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel zu den Fasern einer Holzzellstoffbahn während der Bahnbildung vor der weitgehenden Entfernung des Wassers und vor der Trocknung zu verstehen. Es ist zu erwähnen, daß bei zu zerkleinernden Ganzzeugbahnen im allgemeinen Basisgewicht und Dicke recht hoch liegen, das Basisgewicht z.B. bei etwa 90,7 kg je Ries von 500 Blatt zu 48,2 x 61 cm, die Dicke bei etwa 1,27 mm; die vorliegenden Zerfaserungs- und Saugfähigkeitseigenschaften jedoch werden an zu zerkleinern den Ganzzeugbahnen mit anderen Basisgewichten und Dicken festgestellt. Die Imprägnierung kann durch Zugabe der erforderlichen Menge an zwitterionischem oberflächenaktivem Mittel in Aufsatzbehälter (holding tanks) oder Vorsatzkästen (head boxes) vor der Bahnbildung erfolgen. Allerdings muß diese Art der Zugabe als ziemlich verschwenderische Verwendung der verhältnismäßig teuren oberflächenaktiven Mittel bezeichnet werden. Sie macht auch eine fortlaufende Papierherstellung unmöglich, da die ganze Klarwasseranlage der Papiermaschine unweigerlich durch das oberflächenaktive Mittel verunreinigt ist.

Es wurde gefunden, daß eine ausgezeichnete

Zugabemöglichkeit darin besteht, die zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel der auf dem Formdraht der Papiermaschine laufenden zu zerkleinernden Ganzzeuggbahn durch Duschen mit einer wässrigen Lösung des jeweiligen zwitterionischen oberflächenaktiven Mittels in einer Menge von 2 kg bis etwa 6 kg Lösung je kg Pulpe (die Lösungskonzentration beträgt etwa 2000 kg Wasser : 1 kg oberflächenaktivem Mittel) vor dem weitgehenden Wasserentzug beim Herstellungsgang zuzusetzen. Nach einer bevorzugten Methode der Sprühzugabe werden, um eine gute Verteilung des oberflächenaktiven Mittels zu erreichen, verteilt angeordnete Flutungsdüsen so ausgerichtet, daß die Lösung des oberflächenaktiven Mittels an der Seite des Vorsatzkastens auf eine in Arbeitsstellung oberhalb des Formdrahtes angeordnete Siebwalze auftrifft. Wahlweise kann man auch das oberflächenaktive Mittel durch ein System gut verteilter nichtwaschender Brausen zusetzen.

Das zwitterionische oberflächenaktive Mittel kann mit anderen Werten an einem Punkte vor, über oder nach einem Erstaufbereitungs-Vakuumkasten oder einer Entwässerungsvorrichtung und vor oder innerhalb einer vor den folgenden Vakuumkästen angeordneten Siebwalze zugesetzt werden. Diese Zugabemethoden des zwitterionischen oberflächenaktiven Mittels sind wegen der anzustrebenden gleichmäßigen Verteilung des zwitterionischen oberflächenaktiven Mittels in der gesamten Materialbahn bevorzugt und gestatten darüber hinaus eine ausreichende Verdrängung des von Anfang an in der gebildeten Bahn vorhandenen Wassers durch die

Lösung des zwitterionischen oberflächenaktiven Mittels. Andere Anwendungsarten des Zusatzes zwitterionischer oberflächenaktiver Mittel auf die zu zerkleinernden Ganzzeugbahnen sind ebenfalls erfolgreich, sofern eine gute Verteilung erreicht wird.

Bei der Zugabe zwitterionischer oberflächenaktiver Mittel können als wirksame Mengen etwa 0,1 bis etwa 2,0 %, vorzugsweise 0,2 %, bezogen auf das Gewicht des eingesetzten "wirksamen" zwitterionischen oberflächenaktiven Mittels und das Gewicht des trockenen Ganzzeugs, verwendet werden. Die Verbesserung bei der Zerkleinerung wird nur unvollkommen erreicht, wenn den Ganzzeugbahnen weniger als etwa 0,1 Gew.-% zwitterionisches oberflächenaktives Mittel zugesetzt werden. Zusätze von über etwa 2,0 Gew.-% tragen nicht mehr wesentlich zu einer Verbesserung der Zerfaserung oder der Absorptionseigenschaften der nachfolgend hergestellten luftgebetteten saugfähigen mattenprodukte bei.

Die Vorgänge, die zu dem günstigen Einfluss der zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel führen, sind nicht völlig geklärt. Nach einer allgemeinen und vereinfachten Erklärung werden Faseroberflächen und oberflächenaktive Mittel gegenseitig durch elektrische Kräfte angezogen, die in der wässrigen Phase der Pulpaaufschlammung wirksam werden. Die als Folge solcher Anziehung auftretende Absorption, Chemisorption oder substantive Reaktion blockiert Bindestellen, die andernfalls in den endgültig getrockneten Ganzzeugbahnen zu "Wasserstoffbindungen" würden. So wird

- 11 -

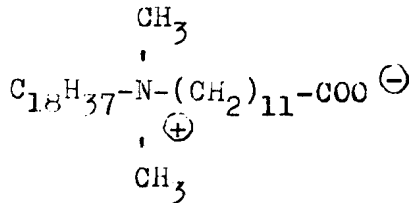
das zwitterionische oberflächenaktive Mittel durch die Faseroberflächen angezogen und die resultierenden Bahnfestigkeits- oder Zerfaserungseigenschaften sind ein Gradmesser für das Vermögen des oberflächenaktiven Mittels, (1) zu der Faser zu gelangen, (2) an der Faser zu haften und (3) Wasserstoffbindung oder andere Bindevorgänge, die normalerweise die Voraussetzung für den Faserzusammenhalt und damit für die Entstehung der mit dem Sammelbegriff Papier bezeichneten Faserbahnen schaffen, zu verhindern. Es ist zu vermuten, daß die zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel aufgrund ihrer Struktur an den Fasern mehr substantive Bindungen geringerer Stärke und Fasern mit schwächeren oberflächenhydrophoben Eigenschaften liefern als die kationischen oberflächenaktiven Mittel.

Nachdem nun aufgezeigt wurde, daß die beim erfindungsgemäßen Verfahren verwendeten zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel die erforderliche Zerkleinerung von Zellstoffbahnen deutlich erleichtern, sei nochmals betont, daß durch die Einarbeitung der zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel in zu zerkleinertes Ganzzeug entstehende luftgebettete saugfähige Watteprodukte erzeugt werden können, die in ihrer wesentlich verbesserten Saugfähigkeits- "Hochschlagungs-" (loft) oder Saugfähigkeitseigenschaften weder den aus nicht behandelten noch den mit kationischen Mitteln imprägnierten Holzfasern hergestellten luftgebetteten saugfähigen Watteprodukten nachstehen. Für das erfindungsgemäße Verfahren geeignete spezielle

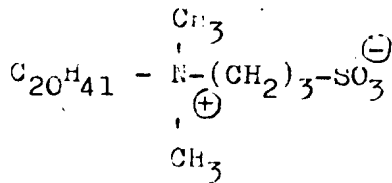
009829/1452

BAD ORIGINAL

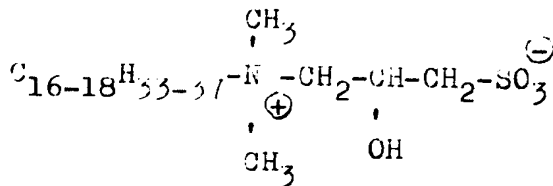
zwitterionische oberflächenaktive Mittel sind bei -  
spielsweise:

StrukturformelChemische Bezeichnung

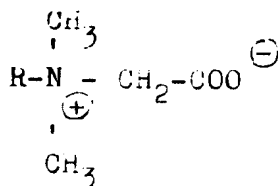
1. N-Octadecyl-N,N-dimethylammonium-12-dodecanoat



2. N-Eicosyl-N,N-dimethylammonium-3-propan-1-sulfonat



3. N-Talgalkyl-N,N-dimethylammonium-2-hydroxy-3-propan-1-sulfonat



worin die als Alkyl vorliegende

Gruppe R =

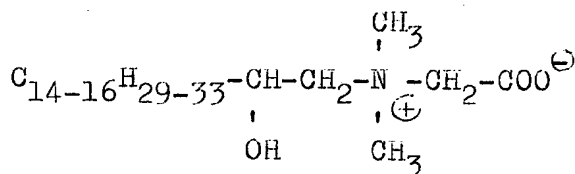
60 %  $\text{C}_{18}\text{H}_{35}$

20 %  $\text{C}_{18}\text{H}_{35}$

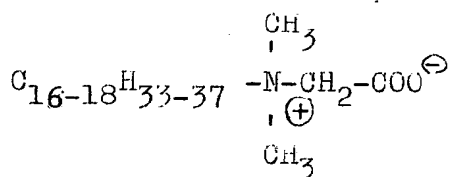
5 %  $\text{C}_{18}\text{H}_{37}$

15 %  $\text{C}_{16}\text{H}_{33}$

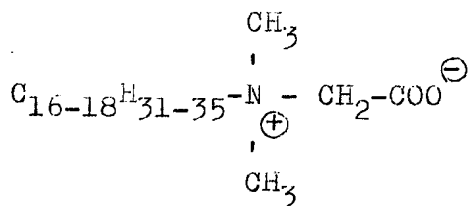
4. N-C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl-  
(und-Alkenyl)-  
N,N-dimethylammoniumacetat

StrukturformelChemische Bezeichnung

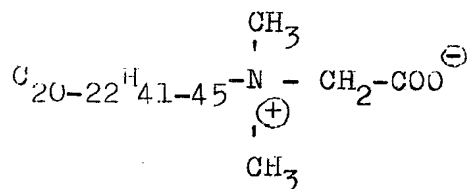
5. N-(2-Hydroxy,  
C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>-alkyl)-  
N,N-dimethylammoniumacetat



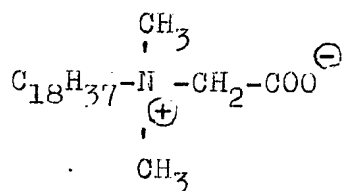
6. N-Talgalkyl-N,N-  
dimethylammonium-  
acetat



7. N-Soyaalkyl-(und-  
Alkenyl)-N,N-di-  
methylammonium-  
acetat



8. N-Eicosyl-(und-Do-  
cosyl)-N,N-di-  
methylammonium-  
acetat



9. N-Octadecyl-N,N-di-  
methylammonium -  
acetat

<u>Strukturformel</u>	<u>Chemische Bezeichnung</u>
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \\    \\  \text{C}_{18}\text{H}_{37}-\text{N}^{\oplus}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OSO}_3^{\ominus} \\    \\  \text{CH}_3  \end{array}  $	10. N-Octadecyl-N,N-dimethylammonium-sulfat
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \\    \\  \text{C}_{14-16}\text{H}_{31-35}-\text{CH}-\text{N}^{\oplus}-\text{CH}_2-\text{COO}^{\ominus} \\    \quad   \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3  \end{array}  $	11. N-(1-Methyl, C <sub>16</sub> -C <sub>18</sub> -alkyl)-N,N-dimethylammonium-acetat

Bei der Untersuchung des erfindungsgemäß hergestellten zu zerzernenden Ganzzeugs bediente man sich mehrerer ganz bestimmter Testverfahren, die als "Quick Disintegration"-(Schnellzerlegung), "Tappi T-253 [Clark Classification]" (Clark-Klassifizierung), "Absorptive Capacity"-(Saugfähigkeit), "Cellulose Absorbency [drip method]" - (Zellulose-Saugfähigkeit - Tropfmethode), "Bulk Fiber Sink" - (Schüttdichte-Fasersereintauch), "Wicking [embossed fiber batts]" - (Abstoßung - Prägefaserbausen) bzw. "Loft"- Tests bezeichnet und nachfolgend eingehend beschrieben werden.

Beim "Quick Disintegration"-Test werden Ganzzeugbahn-Proben über Nacht bei einer relativen Luftfeuch-

- 15 -

tigkeit von 50 % und einer Temperatur von  $22,22^{\circ}\text{C}$  konditioniert und dann in quadratische Stückchen von  $25,4 \times 25,4 \text{ mm}$  geschnitten. Eine ganze Zahl quadratischer Stückchen mit einem Gewicht von 10-12 g wird gewogen und das Gewicht dieses als Probe geltenden Satzes registriert. Die abgewogene Probe der  $25,4 \text{ mm} \times 25,4 \text{ mm}$  großen Quadrate gibt man in ein Waring - Mischgerät (Modell CB-5) mit stumpfen Flügeln und läßt das Gerät 15 sec lang bei der niedrigsten Geschwindigkeit (16.500 U/min) laufen. Die erhaltenen Fasern werden unverdichtet auf ein zwischen zwei luftdichten Kammern angeordnetes genormtes Sieb mit einer lichten Maschenweite von 1,168 mm gebracht. Durch in die obere Kammer eingeführte Druckluft werden die Fasern in heftige Bewegung versetzt, jedoch nicht weiter zerkleinert. Die untere Kammer ist mit einer Vakuum-einrichtung ausgestattet, die durch das Sieb fallende Fasern entfernt. Durch die Kombination von Druckluft und Vakuum wird durch das Sieb eine Differenz von 52 mm Hg geschaffen. Dieser Druckunterschied wird 2 Minuten aufrechterhalten. Die auf dem Sieb mit einer Maschenweite von 1,168 mm verbleibenden Fasern und die durchgefallenen Fasern werden gesammelt und gewogen. Das Gesamtgewicht der auf dem Sieb verbleibenden Fasern in Prozent wird aufgeschrieben. Mindestens 2, vorzugsweise 10 Quick-Parallelversuche werden durchgeführt, und der mathematische Durchschnitt wird als Tester - Ergebnis aufgezeichnet.

Die "Tappi T-233" - Standardtestmethode ist eine Clark-Faserklassifizierung. Mit geringen Ab -

009829/1452

BAD ORIGINAL



wandlungen wird dieser Test im vorliegenden gemäß den Tappi-Methoden durchgeführt, nur daß ein Clark-Klassierapparat (Katalog-Nr. 218-1, Fabr. Nr. 18572) für die nach der Clark-Methode durchgeführte Klassifizierung verwendet wird. Das Gewicht der auf dem genormten Sieb mit einer Maschenweite von 1,168 mm zurückgehaltenen Probe in Prozent wird als Versuchsergebnis notiert.

Der im vorliegenden angewandte "Absorptive Capacity"-Test dient zur Ermittlung der Saugfähigkeit luftgebetteter Watte im Herstellungszustand unter schwacher Druckerwendung. Dieser Test wird auf einer 12,7 x 12,7 cm großen, zur Waagerechten in einem Winkel von  $15^{\circ}$  geneigten Platte aus rostfreiem Stahl ausgeführt. Zur Testausrüstung gehört weiterhin eine so mit Gewichten bestückte Deckplatte aus rostfreiem Stahl der Abmessung 10,1 x 10,1 cm, daß auf die zwischen diesen beiden Platten liegende 10,1 x 10,1 cm große Probe ein Gesamtgewicht von 7,26 kg entsprechend einem Druck von  $0,07 \text{ kg/cm}^2$  drückt. Für diesen Versuch wurden im vorliegenden 11 luftgebettete Wattestücke von 10,1 x 10,1 cm mit einem um festgelegte Inkremente von 0,10 g von 2,00 g bis auf 3,00 g ansteigenden Basisgewicht bei einer zulässigen Toleranz für die einzelnen luftgebetteten Watten von  $\pm 0,02 \text{ g}$  vorgesehen. Das Gewicht der einzelnen Stücke registriert man als  $W_1$ . Zur leichteren Handhabung während des Versuchs bildet man die luftgebetteten Watten auf einem Stück Gewebe, deckt sie in trockenem Zustand der Kohäsionspressung bei  $0,039 \text{ kg/cm}^2$ . Basis-

gewicht und Saugfähigkeit des Abdeckgewebes unter belasteten und unbelasteten Versuchsbedingungen bestimmt man anhand von Gewebetests mit der gleichen Testausrüstung. Basisgewicht und Saugfähigkeit des Deckgewebes bringt man nach der bei den Testberechnungen benutzten Methode von den Versuchsergebnissen in Abzug.

Beim Saugfähigkeits-("Absorptive Capacity")-Test wird jedes der 11 vorbereiteten und gewogenen luftgebetteten Wattestücke mit einer 10,1 x 22,8 cm großen, 1 mm starken, mittels druckempfindlichem Klebstreifen befestigten Polyäthylenfolie mit offenen Enden einfach unwickelt. Das eingewickelte Probestück legt man auf eine 3,17 mm starke, 12,7 x 12,7 cm messende Hartgummiplatte, das Gewicht der Hartgummiplatte samt eingewickelter Watteprobe zeichnet man als  $W_2$  auf. Die Gummiplatte mit der daraufliegenden unwickelten Probe legt man auf die geneigte Platte, so daß die durch Klebstreifen befestigte Seite der Probe nach oben zu liegen kommt. Die offenen Enden der unwickelten Probe nach oberem und unterem Ende der geneigten Platte ausgerichtet. Von einem Hochbehälter leitet man destilliertes und lufthaltiges Wasser auf die Gummiplatte, so daß es oberhalb und außerhalb der eingewickelten Probe verteilt ist und 1 Minute lang in einer Menge von 500 ccm/min in das obere Ende der eingewickelten Probe hineinläuft. Beginnend am oberen Ende und an den Seiten der Gummiplatte tupft man anschließend mit saugfähigem Lösch -

papier alles überschüssige Wasser außerhalb der umwickelten Probe ab. Dabei vermeidet man sorgfältig eine Berührung der unwickelten Wattleprobe an jedem offenen Ende. Die Gummipatte mit darauf liegender eingewickelter Probe wird von der geneigten Platte entfernt und die Gummipatte in horizontaler Lage sorgfältig trocken gewischt. Das Gewicht der trockenen Gummipatte mit der nassen unwickelten Probe wird als  $W_3$  aufgeschrieben.

Die Gummipatte und die darauf liegende nasse unwickelte Probe werden sofort wieder in ihre ursprüngliche Lage auf der geneigten Platte gebracht und die Deckplatte aus rostfreiem Stahl wird vorsichtig aufgelegt, so daß die nasse Probe unter einem Druck von  $0,07 \text{ kg/cm}^2$  steht, der 45 Sekunden aufrechterhalten wird, während man überschüssiges Wasser wie oben beschrieben von der Gummipatte abtupft. Nach Entfernung der Deckplatte aus rostfreiem Stahl wischt man die Gummipatte mit darauf liegender nasser Probe wieder in waagerechter Lage trocken und notiert das Gewicht der Gummipatte mitsamt der nassen ausgedrückten eingewickelten Probe als  $W_4$ .

Sofort werden wieder Gummipatte und nasse ausgedrückte eingewickelte Probe in die ursprüngliche Lage auf der geneigten Platte zurückgelegt und 1 Minute mit 500 ccm Wasser wieder gesättigt wie das erste Mal. Wiederum tupft man unter Beachtung der früheren Sicherheitsvorkehrungen das überschüssige Wasser auf der Gummipatte um die Probe herum ab und wischt die Gummipatte

ORIGINAL INSPECTED

009829/1452

in horizontaler Lage trocken. Das endgültige Gewicht der Gummiplatte mit darauf liegender, erst gepreßter und dann wieder gesättigter eingewickelter Probe registriert man als  $W_5$ .

Auf diese Weise werden ursprüngliches Nassgewicht bei Belastung 0 ( $W_3$ ), Gewicht bei einem Druck von  $0,07 \text{ kg/cm}^2$  ( $W_4$ ) und Gewicht bei Belastung 0 nach vorangehendem Pressen ( $W_5$ ) mit dem abzuziehenden Gewicht von mit Klebstreifen befestigter Polyäthylen-Umwicklung, Gewebe und Gummiplatte für alle 11 Proben bestimmt.

Die Gewichtsbestimmungen  $W_{1-5}$  stellt man für das zur Abdeckung der untersuchten luftgebetteten Watten benutzte Gewebe getrennt fest, so daß dessen Saugfähigkeit bei der Berechnung der Testergebnisse bei der Saugfähigkeit der luftgebetteten Watten unberücksichtigt bleiben kann. Oberes und unteres Abdeckgewebe zusammen ( $206,5 \text{ cm}^2$  je Wattestück) hatten ein Gesamtgewicht von  $0,39 \text{ g}$ . Unter den Testbedingungen betrug die Saugfähigkeit des Gewebes bei ursprünglicher Null-Belastung  $12,80 \text{ g H}_2\text{O je Gramm Gewebe}$ , bei einer Belastung von  $0,07 \text{ kg/cm}^2$   $5,52 \text{ g H}_2\text{O je Gramm Gewebe}$  und bei letzter Null-Belastung  $9,23 \text{ g H}_2\text{O je Gramm Gewebe}$ . Nach Ermittlung der Gewichte  $W_{1-5}$  für die 11 Proben und der Gewebedaten getrennt errechnet sich die Saugfähigkeit der luftgebetteten Watten nach folgenden Formeln, wobei

009829/1452

ORIGINAL INSPECTED

- 20 -

$W_1$  = Gewicht des luftgebetteten Wattestücks samt Gewebes in g;

$W_2$  = Gewicht von in Polyäthylenfolie eingepacktem luftgebetteten Wattestück, Gewebe und Gummiplate in g;

$W_3$  = Nassgewicht von zwischen Gewebestücken liegender und eingewickelter luftgebetteter Watte und Gummiplate in g bei ursprünglicher Belastung Null;

$W_4$  = Nassgewicht von zwischen Gewebestücken liegender und unwickelter luftgebetteter Watte und Gummiplate bei  $0,07 \text{ kg/cm}^2$  Druck in g;

$W_5$  = Nassgewicht der zwischen Gewebe liegenden und eingepackten luftgebetteten Watte und der Gummiplate bei der letzten Null-Belastung in g ;

$A_0$  = Saugfähigkeit des luftgebetteten Kompressenstücks allein bei ursprünglicher Null-Belastung in g  $\text{H}_2\text{O/g}$  Wattegewicht;

$A_1$  = Saugfähigkeit der luftgebetteten Watte allein bei ursprünglicher Belastung von  $0,07 \text{ kg/cm}^2$  in g  $\text{H}_2\text{O/ g}$  Wattegewicht;

ORIGINAL INSPECTED

009829/1452

- 21 -

$A_f$  = Saugfähigkeit der luftgebetteten Watte  
allein bei letzter Null-Belastung in g  
 $H_2O/g$  Wattengewicht.

$$A_0 = \frac{(W_3 - W_2) - (0,39) (12,80)}{W_1 - 0,39}$$

$$A_1 = \frac{(W_4 - W_2) - (0,39) (5,52)}{W_1 - 0,39}$$

$$A_f = \frac{(W_5 - W_2) - (0,39) (9,32)}{W_1 - 0,39}$$

Die Bestimmung von  $A_0$ ,  $A_1$  und  $A_f$  für alle 11 Proben ist besser als nur eine Bestimmung. Statistische Bestimmungen bei Parallelversuchen ergaben, daß bei der Berücksichtigung von 11 Proben wie oben beschrieben, sowohl paarweise T-Test-Bestimmungen als auch Durchschnitts- T-Test - Bestimmungen zum Vergleich der verschiedenen Saugfähigkeitswerte zwecks Feststellung von Zuverlässigkeitsgrenzen möglich sind; diese lagen durchweg über 90 % und größtenteils über 99 %.

Beim "Cellulose Absorbenxy"-Test (Tropfmethode) werden drei zwischen Gewebe liegende, 10,1 x 10,1 cm große luftgebettete Wattestücke wie für den vorstehend

ORIGINAL INSPECTED

009829/1452

beschriebenen "Absorptive Capacity"-Test zubereitet. Zum Unterschied sind hier die Gewichte der luftgebetteten Wattestücke nicht abgestuft und liegen zwischen etwa 2 g und etwa 3 g. Oberes und unteres Gewebestück werden von den luftgebetteten Wattestücken im Herstellungszustand vorsichtig abgestreift. Dadurch schaltet man Gewichte und Saugfähigkeitswerte der Gewebestücke bei den Berechnungen in diesem Test aus. Das Gewicht der luftgebetteten Watte ohne Gewebeabdeckung wird in g aufgeschrieben.

Das vorbereitete luftgebettete Wattestück legt man dann auf ein waagrecht gelagertes Stück verzinkten Metallgewebes mit einer Maschengröße von  $3,226 \text{ cm}^2$  (1/2 inch square mesh). Die Ausrüstung umfaßt einen Hochbehälter mit lufthaltigem destilliertem Wasser und einem 6,35 mm starken Gummischlauch zur Wasserabgabe, der mit einer auf gesteuerte Abgabe von 60 ccm/min eingestellten Quetschhahn versehen ist. Die Schlauchspitze ist 25,4 mm oberhalb der Watteprobe angeordnet und das austretende Wasser ist auf die Mitte der waagrecht liegenden Probe gerichtet. Man läßt so lange Wasser ausfließen, bis der erste Wassertropfen von der Unterseite der aufliegenden Watteprobe abfällt. Die vom Beginn der Wasserzuführung bis zum ersten Tropfen verstrichene Zeit in Sekunden ist gleich der von der Watte unter den Versuchsbedingungen vorliegenden Tests absorbierten Wassermenge in g und wird notiert. Die Testergebnisse werden als g absorbierten Wassers je g Wategewicht wiedergegeben und errechnen sich durch Multiplikation der Wasserfließzeit bis zum ersten Tropfen in

ORIGINAL INSPECTED

009829/1452

Sekunden mit der je Sekunde zufließenden Wassermenge in g und Teilung des Ergebnisses durch das Gewicht der Watte in g. Die Ergebnisse für die drei Watte - stücke werden einzeln errechnet und als Testergebnis wird der mathematisch ermittelte Durchschnittswert festgehalten. Dieser sogenannte "Cellulose Absor - bency"-Test (Tropfmethode) stellt eine andere Verfah - rensweise zur Bestimmung der Saugfähigkeit bei ur - sprünglicher Null-Belastung dar.

Mit dem "Bulk Fiber Sink"-Test mißt man die Ge - schwindigkeit der Wasseraufnahme in zerkleinerten Zellulosefasern mit einer Schüttdichte von 0,05 g/ccm. Diese Zelluloseschüttdichte gleicht praktisch der Schüttdichte einer nach herkömmlichen Luftbettungs - verfahren hergestellten Zellulosefaserwatte. Dieser Test bietet den Vorteil, daß er sich bequem und rasch ausführen läßt und mit Zuverlässigkeitsgrenzen bis zu 99,9 % wiederholbar ist.

Zur Durchführung dieses Tests befestigt man ein durchsichtiges Rohr aus Polymethacrylsäureestern (Plexiglas) mit einem Innendurchmesser von 3,8 mm, einem Außendurchmesser von 4,4 cm und einer Länge von 30,5 cm in senkrechter Lage. Als durchbrochenen Boden - abschuß besitzt dieses Plexiglasrohr ein Sieb mit einer lichten Maschenweite von 0,833 mm. Dieses Rohr füllt man mit 16,9 g zerkleinerten Zellulosefasern.

Bei einem Volumen von 338 ccm ergibt sich eine Schütt - dichte von 0,05 g/ccm. Man führt in kleinen Einzel -



mengen immer mehr zerkleinerte, nicht verdichtete Inkrementen von zerkleinerten Zellulosefasern in das Plexiglasrohr ein, bis 16,9 g der Probe erreicht sind. Dann wird das Probematerial durch schwaches Zusammen-drücken auf die angegebene Schüttdichte gebracht.

Nach Beschickung des Rohres füllt man einen Hartglas-Meßzylinder mit einem Fassungsvermögen von 1000 ccm bis zum 800 ccm-Strich mit destilliertem lufthaltigem Wasser mit einer Temperatur von  $22,2 \pm 1,1^{\circ}\text{C}$ , bringt das Rohr mit dem Fasermaterial an - schließend in senkrechte Lage, so daß sich dessen Sieb 12,7 mm oberhalb der Wasserfläche im Hartglas-Meßzylinder befindet und läßt dann das Plexiglasrohr los. Die Zeit in Sekunden, die vom Loslassen bis zum vollständigen Eintauchen der zusammengedrückten Zellulosefasern im Plexiglasrohr verstreicht, wird registriert. Es werden 10 Parallelversuche mit neu in den Meßzylinder eingefülltem destilliertem lufthaltigem Wasser und neuen Füllungen zerkleinerter Faserproben durchgeführt. Der mathematische Mittelwert der Eintauchzeit für diese 10 Versuche wird in Sekunden als Testergebnis festgehalten.

Mit dem "Embossed Pad Wicking "-Test wird die Zeit gemessen, in der das Wasser unter dem Einfluß der Kapillarwirkung entlang eines vertikal im Zickzack angeordneten linearen Prägebereiches mit einer Gesamtlänge von 14,2 cm in einer zwischen Gewebe liegenden luftgebetteten Watte vordringt. Die Zickzack-Prägelinie hat eine Breite von etwa 0,8 mm. Der lineare Zickzack-

009829/1452

ORIGINAL INSPECTED

Prägebereich wird von einem Teil eines geschlossenen geradlinigen Prägemusters, das aus zwei Gruppen parallel geprägter Linien besteht, gebildet.

Die geprägten Linien jeder der beiden Gruppen haben einen Abstand von 25,4 mm und die Stoßstellen der Linien schließen, wo sie sich kreuzen, einen Winkel von  $53,2^{\circ}$  und  $126,8^{\circ}$  ein. Eine Probe wird so geschnitten, daß sie eine ungebrochene Zickzack-Prägelinie enthält, so ausgerichtet, daß die Einschlußwinkel von  $126,8^{\circ}$  sich vertikal gegenüberliegen, und mit einer Klammer in senkrechter Lage gehalten. 3,17 mm (1/8 inch) des unteren Endes befinden sich in einem Behälter mit destilliertem lufthaltigem Wasser mit einer Temperatur von  $22,22 \pm 1,11^{\circ}\text{C}$ . Die Zeit vom Augenblick des ersten Eintauchens an, in der das Wasser durch die Kapillarwirkung über eine senkrechte Entfernung von insgesamt 6,35 cm längs einer Zickzack-Prägelinie 14,2 cm weit senkrecht aufwärts dringt, wird festgestellt und registriert.

Die mit Gewebe bedeckten luftgebetteten Wattestücke für vorliegenden "Wicking"-Test werden ebenso hergestellt wie die Wattestücke für den zuvor beschriebenen Saugfähigkeits- ("Absorptive Capacity")-Test, nur daß 6 Wattestücke einer Größe von 10,1 x 10,1 cm mit einem Gewicht von jeweils 2-3 g vorbereitet werden. Dann prägt man diesen zwischen Gewebe liegenden Wattestücke das oben beschriebene Muster auf; hierzu verwendet man eine Prägewalze, auf die das zu prüfende Wattestück und eine 0,0508 mm (0,002 inch) starke Metall-Passbeilage für den endgültigen Plattenabstand gelegt werden. Der Watte wird jetzt in einer hydraulischen

schen Presse (Carver Press, Druck 1.410 atü) das Muster aufgeprägt. Das Wasser wird nach je 6 Proben gewechselt und der mathematische Zeitdurchschnitt in Sekunden für die 6 Proben wird als Testergebnis notiert.

Zur Durchführung des "Loft"-Tests, mit dem die Schüttdichte einer luftgebetteten, zwischen Gewebe liegenden Watte ermittelt wird, bereitet man wie beim Saugflüssigkeits-("Absorptive Capacity")-Test zwischen Gewebe liegende, 10,1 x 10,1 cm große Wattestücke vor, nur daß man hier 10 Wattestücke mit einem Gewicht von 2-3 g herstellt. Die Höhe der aufeinandergelegten 10 Wattestücke wird gemessen und das Volumen aus 10,1 x 10,1 cm x Stapelhöhe in cm errechnet. Die Schüttdichte (das geringe Volumen der dünnen Abdeck-Gewebestreifen wird vernachlässigt) ist gleich dem Gewicht der 10 gestapelten Wattestücke minus 3,9 g Gewebegewicht dividiert durch das ermittelte Volumen in ccm. Bei niedrigerer Schüttdichtezahl ist die Schüttung höher.

Die Zellulosefasern zur Herstellung der in den vorangehenden Testverfahren benutzten luftgebetteten Watten können durch Behandlung von Ganzzeugbahnen in einer Hammerrmühle hergestellt werden, die mit einer Siebplatte einer lichten Maschenweite von 2,362 mm und zur Vermeidung von Faserzerschnitt mit stumpfen Hämmern ausgerüstet ist. Auch mit einer Sprout-Waldron Mühle lassen sich gut Zellulosefasern für Testzwecke herstellen.

Für vergleichende Versuche wurden zu zerkleinern-

de Bahnen aus Ganzzeug von gebleichtem Faserholz aus dem Süden stammender Tannen (Southern pine) bereitet, die nach Trocknung bei einem Feuchtigkeitsgehalt von 5 Gew.-% ein Basisgewicht von 95,3 kg je Ries von 500 Blatt zu 48,2 x 61 cm hatten. Die durchschnittliche Blattstärke betrug 1,27 mm. Während der Herstellung der Ganzzeugbahnen auf dem Fourdrinier-Draht einer Papiermaschine wurden diese unter einer Siebwalze vorbeigeführt, worauf eine verteilende Duschanlage oberflächenaktives Mittel in wässriger Lösung mit einer Konzentration von 0,0005 kg (0,5 g) wirksamen oberflächenaktiven Mittels je kg wässriger Lösung in einer Menge von etwa 300 g/min zuführte. Dies ergab in der Ganzzeugbahn einen Gehalt an wirksamem oberflächenaktivem Mittel von ungefähr 0,2 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des vollkommen trockenen Ganzzeugs. Die Bahn auf der Papiermaschine lief mit einer Geschwindigkeit von 91,4 m/min. Zu Vergleichszwecken wurden sowohl zu zerkleinernde Ganzzeugbahnen mit dem angegebenen Gehalt an N-Talgalkyl-N,N-dimethylammoniumacetat als zwitterionisches oberflächenaktives Mittel (von der Culver Chemical Co. unter dem Handelsnamen Culveram TDG vertrieben) als auch solche mit quarternärem Dimethyl-dihydratierten-talg-ammoniumchlorid als kationisches oberflächenaktives Mittel (von der Foremost Chemical Products Co. unter der Handelsbezeichnung Formonyte 1703 vertrieben) hergestellt, außerdem noch zu zerkleinernde Ganzzeugbahnen genau der gleichen Art ohne oberflächenaktives Mittel. Die beschriebenen Versuche wurden an den zu

vergleichenden Ganzzeugbahnen durchgeführt; die Ergebnisse sind in der umseitigen Tabelle I zusammengestellt.

009829/1452

ORIGINAL INSPECTED

Tabelle I:

Testbezeichnung:

Saugfähigkeit

29

Beschreibung der Probe	A	B	C	D	E	F	G	H	I	K
	(%)	(%)	(g)	(g/g)	(g/g)	(g/g)	(g/g)	(sec)	(sec)	(g/cm)
Ganzzeugbahn normal	--	51,4	--	--	--	--	--	--	--	--
Ganzzeugbahn normal (zerfasert)	51,5	44,4	2,50	25,89	8,46	16,30	25,29	53,4	33,8	0,0269
Ganzzeugbahn normal, im- prägniert mit 0,2 % kati- onischem oberflächenakti- vem Mittel quaternäres Di- methyl-dihydriertes talg- ammoniumchlorid und zerfa- sert	26,1	53,2	2,51	25,78	8,16	15,85	25,39	104,9	117,0	0,0254
Ganzzeugbahn normal, im- prägniert mit 0,2 % zwitterionischem oberflä- chenaktivem Mittel N-Talg- alkyl-N,N-dimethylammonium- acetat und zerfasert	21,2	51,3	2,50	26,03	8,30	17,27	27,54	87,4	55,4	0,0245

Tabelle I (Fortsetzung) :

<u>Anm.:</u>	A = " Quick Disintegration " (%) ;
	B = " Tappi T-233 " Clark-Klassifizierung) (%) ;
	C = Durchschnittl. Watte (g) ;
	D = $0 \text{ kg/cm}^2$ (g $\text{H}_2\text{O/g}$ Watte anfangs ) ;
	E = $0,07 \text{ kg/cm}^2$ (g $\text{H}_2\text{O/g}$ Watte ) ;
	F = $0 \text{ kg/cm}^2$ (g $\text{H}_2\text{O/g}$ Watte am Schluß ) ;
	G = " Cellulose Absorbency " (Tropfmethode) g $\text{H}_2\text{O/g}$ Watte ;
	H = " Bulk Fiber Sink " (Sekunden) ;
	I = " Wicking (Sekund.) ;
	K = " Loft " (g/ccm).

ORIGINAL INSPECTED

009829/1452

Wenn man die Daten für Zerkleinerung und Saugfähigkeit in Tabelle I durchsieht, stellt man fest, daß laut Ergebnissen des "Quick Disintegration"-Tests die mit dem zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel imprägnierte Probe leicht zerkleinert oder zerfasert wurde, so daß nur 21,9 % der Probe auf dem genormten Sieb mit einer lichten Maschenweite von 1,168 mm zurückblieben.

Die prozentual gemessene Zerfaserung der mit dem zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel imprägnierte Probe war mehr als doppelt so gründlich wie bei der normalen Ganzzeugprobe ohne oberflächenaktives Mittel und bedeutend besser als bei der mit dem kationischen oberflächenaktiven Mittel getränkten Probe.

Aus den Ergebnissen des "Tappi T-233 "-Test ist ersichtlich, daß die normale Ganzzeugprobe ohne oberflächenaktives Mittel nicht nur unvollständig zerfasert wurde, sondern zum Teil auch durch die Zerkleinerung an Faserlänge einbüßte, denn vor der Zerfaserung verblieben 51,4 % der Probe auf dem genormten Sieb mit einer lichten Maschenweite von 1,168 mm, hinterher jedoch nur 44,4 %. Dieser Test zeigt, daß bei der zwitterionisch imprägnierten Probe einmal die Zerkleinerung laut Versuchsergebnissen des "Quick Disintegration"-Tests erleichtert und zum anderen die Fasern einer Kürzung während der Zerfaserung widerstanden. Die Versuchsergebnisse des "Tappi T-233 "-Tests (51,5 %) waren für die zwitterionisch imprägnierte Probe und normale Ganzzeugprobe vor der Zerfaserung (51,4 %) praktisch gleich. Dies zeigt, daß sich die Faser-Klassifizierung,

009829/1452

ORIGINAL INSPECTED



d.h. die Faserlängenverteilung nicht wesentlich änderte. Die Ergebnisse des "Quick Disintegration"-Tests und des "Tappi T-233"-Tests zusammen belegen die verbesserten Zerkleinerungsergebnisse der mit dem zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel behandelten Probe gegenüber der normalen und der kationisch getränkten Probe.

Durch die nachgewiesenen besseren Zerkleinerungsergebnisse bei der mit dem zwitterionischen oberflächenaktiven Mittel imprägnierten Probe ist der durch die Verwendung zwitterionisch imprägnierten Ganzzeugbahnen erzielte Vorteil bei der Zerkleinerung so augenfällig, daß nur noch die Saugfähigkeitseigenschaften der mit oberflächenaktiven Mitteln imprägnierten Ganzzeugbahnen weiterhin geprüft werden sollten. Der Vollständigkeit halber werden jedoch auch Vergleichsergebnisse von Tests mit der normalen Ganzzeugbahn vorgelegt.

Die beim Saugfähigkeits- ("Absorptive Capacity")-Test erzielten Ergebnisse beweisen den allgemeinen Vorteil, den man mit der zwitterionisch imprägnierten Probe gegenüber der normalen Ganzzeugbahn sowie der kationisch imprägnierten Probe erzielt. Die Überlegenheit der Imprägnierung mit zwitterionischen oberflächenaktiven Mitteln wird durch die Ergebnisse des Zellulose-Saugfähigkeits- ("Cellulose Absorbency")-Test bestätigt.

Aus den in der Tabelle angegebenen Ergebnissen des "Bulk Fiber Sink"-Tests und des "Wicking"-Tests ergibt sich deutlich die Überlegenheit der Imprägnie-

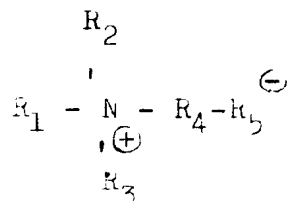
rung mit zwitterionischen oberflächenaktiven Mitteln gegenüber derjenigen mit kationischen oberflächenaktiven Mitteln bei Ganzzeugbahn-Proben, die anderweitig die Merkmale verbesserter Zerkleinerung zeigen. Die Ergebnisse des "Loft"-Tests laut Tabelle lassen den Vorteil der zu Absorptionszwecken bei bausch-, Watte- und Faserstofflagenartikel erstrebten verbesserten Dichte- und Elastizitätseigenschaften der zwitterionisch imprägnierten Probe erkennen.

Normale Ganzzeigbahnen, die, bezogen auf das Gewicht des vollkommen trockenen Ganzzeugs, in einer Konzentration von 0,1 Gew.-% sowie 2,0 Gew.-% wirksamen oberflächenaktiven Mittels (bzw. 100 % oberflächenaktiven Mittels im Ansatz) mit den zwitterionischen oberflächenaktiven Mitteln N-Talgalkyl-N,N-dimethylammonium-2-hydroxy-3-propan-1-sulfonat, N-Eicosyl- (und -Docosyl)-N,N-dimethylammonium-acetat und L-Octadecyl-N,N-dimethylammoniumäthylsulfat imprägniert werden, zeigen ähnliche Zerkleinerungs-, Saugfähigkeits- und Schüttdichteigenschaften wie die mit N-Talgalkyl-N,N-dimethylammoniumacetat oder anderen zwitterionischen oberflächenaktiven Mitteln der vorliegend geoffenbarten Strukturen imprägnierten Ganzzeugbahnen. Die aus zwitterionisch imprägnierten Fasern gebildeten saugfähigen luftgebetteten Watten eignen sich besonders für Bandagen, Windeln, Damenbinden, Tampons und ähnliche Artikel.

**BAD ORIGINAL**

Patentansprüche:

① Verfahren zur Herstellung von Ganzzeugbannen aus Zellulosefasern für die Erzeugung von Lattprodukten, dadurch gekennzeichnet, daß die Zellulosefasern der Ganzzeugbahn vor dem endgültigen Wasserentzug bei der Bannbildung mit etwa 0,1 bis etwa 2,0 %, bezogen auf das Gewicht des wirksamen oberflächenaktiven Mittels und vollkommen trockener Ganzzeugbahn, eines zwitterionischen oberflächenaktiven Mittels der allgemeinen Formel



imprägniert werden, in der  $R_1$  eine Alkyl- oder Alkylgruppe mit etwa 16 bis etwa 22 C-Atomen,  $R_2$  und  $R_3$  Wasserstoffatome oder Alkylgruppen mit 1 bis 2 C-Atomen,  $R_4$  eine Alkylgruppe mit 1 bis etwa 11 C-Atomen, die eine oder mehrere an C-Atome gebundene Hydroxylgruppen tragen kann, und  $R_5$  einer der Reste  $-COO^-$ ,  $-SO_3^-$  oder  $-OSO_3^-$  bedeuten.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als zwitterionisches oberflächenaktives Mittel N-Octadecyl-N,N-diethylammonium-12-

BAD ORIGINAL

dodecanolat, N-Eicosyl-N,N-dimethylammonium-3-propan-1-sulfonat, N-Talgalkyl-N,N-dimethylammonium-2-hydroxy-3-propan-1-sulfonat, N-C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl-(und -Alkenyl)-N,N-dimethylammoniumacetat, N-(2-Hydroxy, C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>-alkyl)-N,N-dimethylammoniumacetat, N-Talgalkyl-N,N-dimethylammoniumacetat, N-Soyaalkyl-(und -Alkenyl)-N,N-dimethylammoniumacetat, N-Eicosyl-(und -Docosyl)-N,N-dimethylammoniumacetat, N-Octadecyl-N,N-dimethylammoniumacetat, N-Octadecyl-N,N-dimethylammoniumäthylsulfat oder N-(1-Methyl, C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>-alkyl)-N,N-dimethylammoniumacetat.

3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man, falls die zu zerkleinernde Ganzzeugbahn aus Holzfasern besteht, etwa 0,2 % zwitterionisches oberflächenaktives Mittel zur Imprägnierung verwendet.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man N-Talgalkyl-N,N-dimethylammoniumacetat als zwitterionisches oberflächenaktives Mittel zur Imprägnierung verwendet.

5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Ganzzeugbahn vor dem endgültigen Gasbesatzung bei der Bahnformung durch Imprägnierung mit dem zwitterionischen

BAD ORIGINAL

- 36 -

oberflächenaktiven Mittel imprägniert wird.

Für The Buckeye Cellulose Corporation

  
Rechtsanwalt

009829/1452